

Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 09229879  
PUBLICATION DATE : 05-09-97

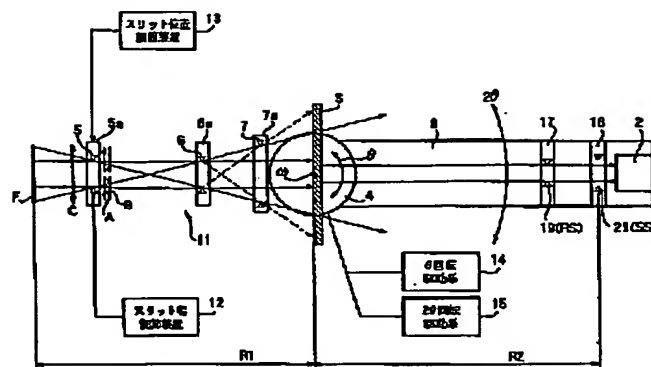
APPLICATION DATE : 20-02-96  
APPLICATION NUMBER : 08056752

APPLICANT : RIGAKU CORP;

INVENTOR : UMEGAKI SHIRO;

INT.CL. : G01N 23/20 G01N 31/00 G21K 1/06

TITLE : X-RAY APPARATUS



ABSTRACT : PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an X-ray apparatus which can perform both a focusing X-ray measurement and a parallel beam X-ray measurement without changing arranging position of an X-ray optical element.

SOLUTION: A 3-slit optical system 11 having three slits 5, 6, 7 is arranged between an X-ray source F and a sample S. The sample S and an X-ray detector 2 are loaded on a goniometer 4. Moreover, distance R1 between the X-ray source and the sample is set to be equal to the distance R2 between the sample and a fifth slit 21. A parallel beam X-ray measurement is achieved with the use of the 3-slit optical system 11. If the first slit 5 is opened and the second slit 6 is used as a divergence regulation slit, a focusing X-ray measurement is enabled.

COPYRIGHT: (C)1997,JPO

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-229879

(43) 公開日 平成9年(1997)9月5日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

G 0 1 N 23/20  
31/00

識別記号

庁内整理番号

F I

G 0 1 N 23/20  
31/00

技術表示箇所

Y  
T  
F

G 2 1 K 1/06

G 2 1 K 1/06

審査請求 未請求 請求項の数 3 F D (全 7 頁)

(21) 出願番号

特願平8-56752

(22) 出願日

平成8年(1996)2月20日

(71) 出願人 000250339

理学電機株式会社

東京都昭島市松原町3丁目9番12号

(72) 発明者 岩崎 吉男

東京都昭島市松原町3-9-12 理学電機  
株式会社拝島工場内

(72) 発明者 大神田 等

東京都昭島市松原町3-9-12 理学電機  
株式会社拝島工場内

(72) 発明者 梅垣 志朗

東京都昭島市松原町3-9-12 理学電機  
株式会社拝島工場内

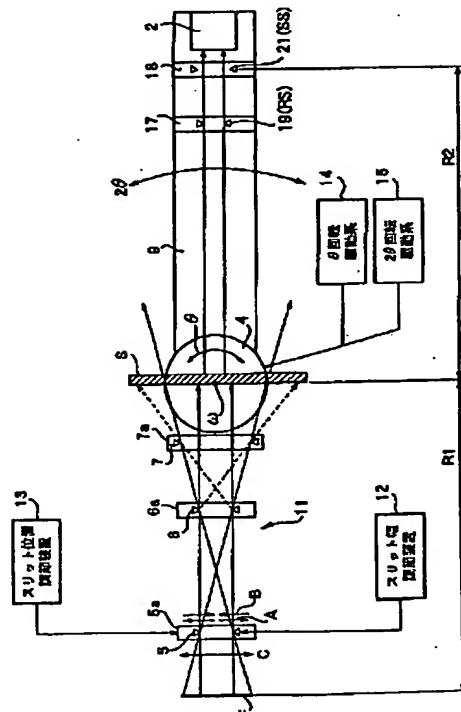
(74) 代理人 弁理士 横川 邦明

(54) 【発明の名称】 X線装置

(57) 【要約】

【課題】 X線光学要素の配置位置を変更することなく、集中法X線測定及び平行ビーム法X線測定の両測定を行うことのできるX線装置を提供する。

【解決手段】 3個のスリット5、6、7を有する3スリット系光学系11をX線源Fと試料Sとの間に配置し、試料S及びX線検出器2をゴニオメータ4の上に搭載し、さらに、X線源-試料間距離R1と試料-第5スリット21間距離R2とを等しく設定する。3スリット系光学系11を用いれば平行ビーム法X線測定を行うことができ、あるいは、第1スリット5をオープン状態にして第2スリット6を発散規制スリットとして用いれば集中法X線測定を行うこともできる。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 X線源と試料との間のX線光路上に配設されていて3個のスリットを含む3スリット系X線光学系と、試料から出るX線を検出するX線検出手段とを有するX線装置において、

試料及びX線検出手段に関して試料軸線を中心とする回転角度を測角するゴニオメータと、

そのゴニオメータ上に載置されていてX線検出手段の前に配置される第5スリットと、

上記ゴニオメータ上に載置されていて上記第5スリットの前に配置される第4スリットとを有しており、そして上記3個のスリット、第4スリット及び第5スリットはそれらのスリット幅が変更可能であり、さらにX線源と試料との間の距離と、試料と第5スリットとの間の距離とを等しく設定したことを特徴とするX線装置。

【請求項2】 請求項1記載のX線装置において、3スリット系X線光学系を構成する3個のスリットのうちのX線源に最も近い第1スリットのスリット幅を調節するためのスリット幅調節手段を設けたことを特徴とするX線装置。

【請求項3】 請求項1又は請求項2記載のX線装置において、3スリット系X線光学系を構成する3個のスリットのうちのX線源に最も近い第1スリット的位置をX線光路に対して横方向に調節するスリット位置調節手段を設けたことを特徴とするX線装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、試料にX線を照射し、その試料で回折又は反射したX線を検出するX線装置に関する。

## 【0002】

【従来の技術】粉末試料を測定対象とするX線装置として、いわゆる広角ゴニオメータを用いたX線装置が知られている。このX線装置では、図4に示すように、X線源Fから放射されたX線を発散規制スリット51によって制限して試料Sに入射する。試料Sを試料軸線 $\omega$ を中心として回転するか又はX線源Fを試料軸線 $\omega$ を中心として回転させることにより、試料Sに関するX線の入射角度 $\theta$ を連続的又は間欠的に変化させる。そしてその入射角度 $\theta$ の変化に同期させて、X線検出器52及び受光スリット53を試料軸線 $\omega$ を中心として入射角度 $\theta$ の角速度の2倍の角速度で回転させて、入射X線の光軸Lに対するX線検出器52のX線検出角度 $2\theta$ を連続的又は間欠的に変化させる。

【0003】X線源Fから試料Sまでの距離R1と、試料Sから受光スリット53までの間の距離R2とは等しく設定されており、よって、X線入射角度 $\theta$ 及びX線検出角度 $2\theta$ が変化するとき、X線源F、試料S及び受光スリット53は、それら $\theta$ 及び $2\theta$ の角度変化に対応して径が変化する円上に位置する。この円は、一般に、集

中円と呼ばれている。

【0004】試料Sに対するX線入射角度 $\theta$ が変化するとき、入射X線と試料Sの結晶格子面との間でブラッグの回折条件が満足されると、その試料SでX線が回折する。回折したX線は集中円C上の受光スリット53に集光して該スリットを通過し、そしてX線検出器52に取り込まれる。こうして、試料Sに関してX線が回折する角度、すなわちX線回折角 $2\theta$ と、その回折したX線の強度とが測定され、その測定結果に基づいて試料Sに関して種々の解析が行われる。

【0005】また、繊維状生体高分子などの構造や高分子固体中の微結晶の配列状態などといった長周期構造を持つ物体の構造観察や、粒子状物体の大きさや形状を観察する目的で、入射X線の光軸を中心とする回折角度 $2\theta=0\sim3^\circ$ 程度の小角度領域内における散乱X線の強度の変化の様子を観察する、いわゆる小角散乱測定も知られている。このような小角散乱測定を行うためのX線装置として、従来より、3スリット系X線光学系を用いた装置が知られている。

【0006】この小角散乱装置では、図5に示すように、第1スリット55及び第2スリット56の2個のスリットを用いてX線源Fから放射されるX線から平行X線ビームを取り出し、その平行X線ビームを試料Sに照射する。第3スリット57は、第2スリット56で発生する散乱X線が試料Sに入射するのを防止する。

【0007】試料Sに平行X線ビームが入射すると、その試料の内部構造に応じて散乱X線が発生し、その散乱X線がX線フィルムなどの二次元X線検出器58に到達してそれを露光する。二次元X線検出器58に代えて、試料Sの中心Oを中心として一次元X線検出器をX線回折角度 $2\theta$ 方向に移動させて散乱X線を検出することもある。

【0008】図5に示すX線装置は、試料Sに平行X線ビームを入射することから、平行ビーム系X線装置と呼ばれることがある。そして、この平行ビーム系X線装置の中には、上記のような小角散乱測定を行うものの他に、薄膜測定、その他種々の測定を行うものが含まれる。薄膜測定というのは、厚さの薄い膜状の試料を測定対象とするものであり、この測定方法では、その薄膜試料に幅の狭い平行X線ビームを低入射角度、例えば $2^\circ$ 程度の入射角度で入射する。

## 【0009】

【発明が解決しようとする課題】従来のX線装置では、図4に示す集中光学系の装置と、図5に示すような平行ビーム系の装置とがそれぞれ別々の専用装置として用意されていた。つまり、集中法X線測定を行う場合は、X線源に対して集中光学系の光学要素を配置してX線装置を構成し、平行ビーム法X線測定を行う場合は、X線源に対して平行ビーム系の光学要素を配置してX線装置を構成する。しかしながら、測定方法を変えるたびにX線

光学要素を組み替えるというのは、非常に面倒であった。特に、新しい光学要素を組み付けるたびに各光学要素に関して光軸調整を行わなければならないので、非常に面倒であった。本発明は、上記の問題点に鑑みてなされたものであって、X線光学要素の配置位置を変更することなく、集中法X線測定及び平行ビーム法X線測定の両測定を行うことのできるX線装置を提供することを目的とする。

#### 【0010】

【課題を解決するための手段】上記の目的を達成するため、本発明に係るX線装置は、X線源と試料との間のX線光路上に配設されていて3個のスリットを含む3スリット系X線光学系と、試料から出るX線を検出するX線検出手段とを有するX線装置において、試料及びX線検出手段に関して試料軸線を中心とする回転角度を測角するゴニオメータと、そのゴニオメータ上に載置されていてX線検出手段の前に配置される第5スリットと、上記ゴニオメータ上に載置されていて上記第5スリットの前に配置される第4スリットとを有すると共に、上記3個のスリット、第4スリット及び第5スリットはそのスリット幅が変更可能であり、さらにX線源から試料に至る距離と試料から第5スリットに至る距離とを等しく設定することを特徴とする。

【0011】各スリットのスリット幅が変更可能というのは、スリット幅の異なるスリットを複数種類用意しておいて、それらのスリットのうちから1つを選択してX線光路上の所定位置に設置したスリット支持部材に装着するという方法や、スリット幅の大きさを調節できる機能を備えたスリットをX線光路上のスリット支持部材に装着しておいて必要に応じてそのスリットのスリット幅を調節するという方法などによって達成される。

【0012】本発明のX線装置によれば、試料から見てX線源側に3スリット系X線光学系を設けたので、X線源から出たX線を平行ビームとして取り出して試料に照射すること、すなわち平行ビーム法X線測定を行うことができる。さらに、X線源と試料との間の距離と、試料と第5スリットとの間の距離とを等しく設定すると共に、試料及びX線検出手段をゴニオメータに搭載したので、集中法X線測定を行うこともできる。

【0013】本X線装置において集中法X線測定を行う場合、試料のX線源側には発散規制スリットとして働く1個のスリットが配置されれば十分である。従って、試料のX線源側に設置した3スリット系X線光学系のうち、発散規制スリットとして働くスリット以外の2個のスリットは、X線ビームの規制に関与しない状態に設定する。具体的には、それらのスリットをスリット幅の大きな別のスリットに差し替えたり、スリット支持部材からスリット自体を取り外していわゆるオープン状態にしたり、あるいは、スリット幅調節機能付きのスリットであればスリット幅を大きく開いたりする。

#### 【0014】

【発明の実施の形態】図1は、本発明に係るX線装置の一実施形態を示している。このX線装置は、試料Sを支持するゴニオメータ4と、そのゴニオメータから伸びる検出器アーム9とを有している。検出器アーム9の先端には、狭い点状領域内でX線を検出できる一次元X線検出器2が搭載される。また、試料SとX線源Fとの間には第1スリット5、第2スリット6及び第3スリット7を有する3スリット系X線光学系11が配設される。

【0015】第2スリット6及び第3スリット7は、それぞれ、スリット支持部材6a及びスリット支持部材7aに着脱可能に装着される。一方、第1スリット5は、スリット支持部材5aによって矢印A-B方向へ開閉移動可能に支持される。第1スリット5は、モータなどを動力源とするスリット幅調節装置12に接続され、そのスリット幅調節装置12によって駆動されて開閉移動する。また、スリット支持部材5aは、モータなどを動力源とするスリット位置調節装置13に接続されており、そのスリット位置調節装置13によって駆動されて、矢印CのようにX線光路に対して実質的に直角方向に往復移動する。ここで実質的というのは、製造誤差や組立誤差などによって厳密な直角方向からずれる場合も含む意味である。

【0016】スリット幅調節装置12及びスリット位置調節装置13は、従来より周知の往復駆動機構を用いることができる。但し、これらの調節装置は、スリット位置を微妙な寸法で調節しなければならないので、マイクロメータなどで用いられる微調節機構を含んで構成されることが望ましい。

【0017】ゴニオメータ4には、試料Sを試料軸線 $\omega$ を中心として $\theta$ 回転させるための $\theta$ 回転駆動系14及び検出器アーム9を試料軸線 $\omega$ を中心として $2\theta$ 回転させるための $2\theta$ 回転駆動系15が付属して設置される。ここで、 $\theta$ 回転とは、試料Sに対するX線の入射角度を変化させるために試料Sを試料軸線 $\omega$ を中心として所定の角速度で連続的又は間欠的に回転させることである。また、 $2\theta$ 回転とは、試料Sの所で適宜の回折角度 $2\theta$ で回折するX線を検出するためにX線検出器2を試料軸線 $\omega$ を中心として $\theta$ 回転の2倍の角速度で同じ方向へ回転させることである。なお、各回転駆動系14及び15は、それぞれ独自に動作でき、従って、試料Sを静止状態に保持した状態でX線検出器2のみを $2\theta$ 回転させることもできる。

【0018】X線検出器2の前方(図の左方)の検出器アーム9上にスリット支持部材18が配設され、さらにそのスリット支持部材18の前方の検出器アーム9上に別のスリット支持部材17が配設されている。スリット支持部材17には第4スリット19が着脱可能に装着され、スリット支持部材18には第5スリット21が着脱可能に装着される。なお、X線源Fと試料Sとの間の距

離 $R_1$ と、試料 $S$ と第5スリット21との間の距離 $R_2$ とは、互いに等しく設定される。

【0019】上記構成より成るX線装置は、各スリットの光学的な配置を変更することにより、集中法X線測定及び平行ビーム法X線測定のいずれかを選択して実行できる。以下、それぞれについて説明する。

(小角散乱測定) 図1は、平行ビーム法X線測定の一例である小角散乱測定を行う際の光学的配置を示している。この小角散乱測定では、第1スリット5及び第2スリット6には同じスリット幅のスリットが用いられ、さらに第3スリット7として第2スリット6よりもわずかにスリット幅の広いスリットが用いられる。さらに、検出器アーム9上の第4スリット19としてスリット幅の狭い受光スリット $RS$ を装着し、第5スリット21としてスリット幅の広い散乱防止スリット $SS$ を装着する。ここで、スリット幅が狭いあるいは広いといっているのは、これら2つのスリット19と21との間で相対的に狭いあるいは広いということであって、絶対的な意味で狭いあるいは広いということではない。

【0020】以上の条件の下、X線源 $F$ からX線を放射すると共に、検出器アーム9を小角度領域、例えば $2\theta = 2^\circ$ 程度の小角度領域内で巡回移動する。X線源 $F$ から放射されたX線は第1スリット5及び第2スリット6によって平行X線ビームとして取り出され、その平行X線ビームが試料 $S$ に入射する。すると、試料 $S$ の内部結晶構造に対応して小角度領域内に散乱X線が発生し、その散乱X線が第4スリット19(受光スリット $RS$ )を通過した後に $2\theta$ 回転移動するX線検出器2によって検出される。以上の測定中、試料 $S$ のX線源側に配置された第3スリット7は、第2スリット6で発生する散乱X線が試料 $S$ に入射することを防止する。また、X線検出器アーム9上に設けた第5スリット21(散乱防止スリット $SS$ )は、第4スリット19(受光スリット $RS$ )で発生した散乱X線がX線検出器2に検出されることを防止する。

【0021】本実施形態では、スリット幅調節装置12によって第1スリット5のスリット幅を調節し、同時に、スリット位置調節装置13によってスリット支持部材5aの位置をX線ビームに対して実質的に直角方向に調節することにより、第1スリット5と第2スリット6との間の平行精度を厳密に設定でき、これにより、強度の強い平行X線ビームを取り出すことができる。

【0022】(粉末試料の測定) 図2は、集中法X線測定の一例である粉末試料に対するX線回折測定を行う際の光学的配置を示している。この測定は、図1に示した光学配置に対して次のような変更を加えることによって実行される。まず、試料ホルダの中に粉末試料 $S$ を詰め込み、その試料ホルダをゴニオメータ4の上に装着する。そして、第1スリット支持部材5a内の第1スリット5をオープン状態にする。具体的には、スリット支持

部材5aから第1スリット5を取り外したり、第1スリット5をX線ビームを規制しない程度に大きく開く。

【0023】さらに、検出器アーム9上の第4スリット19と第5スリット21とを入れ替える。つまり、第4スリット19に幅の広い散乱防止スリット $SS$ を装着し、第5スリット21に幅の狭い受光スリット $RS$ を装着する。本実施形態では、X線源 $F$ から試料 $S$ に至る距離 $R_1$ と、試料 $S$ から第5スリット21に至る距離 $R_2$ とが等しく設定されているので、X線源 $F$ 、試料 $S$ 及び第5スリット21は常に集中円 $C$ 上に位置する。

【0024】以上の条件の下、X線源 $F$ からX線を放射すると共に、試料 $S$ を試料軸線 $\omega$ を中心として $\theta$ 回転させ、同時にX線検出器2を試料軸線 $\omega$ を中心として $2\theta$ 回転させる。X線源 $F$ から放射されたX線は、発散規制スリットとして働く第2スリット6によってその発散が規制され、発散が規制されたそのX線ビームが試料 $S$ に照射される。このとき、第3スリット7は第2スリット6で発生する散乱X線が試料 $S$ へ向かうのを防止し、これにより、X線回折測定の結果においてノイズ成分が大きくなることを防止して、 $S/N$ 比を向上する。第3スリット7のスリット幅は、必要に応じて、散乱X線の進行を阻止できるのに適した大きさに調節される。

【0025】 $\theta$ 回転する試料 $S$ の結晶格子面とそれに入射するX線との間でブラッグの回折条件が満足されると、試料 $S$ でX線の回折が生じ、その回折X線が第5スリット21(受光スリット $RS$ )に集束して該スリットを通過し、そしてX線検出器2によって検出される。このとき、第4スリット19(散乱防止スリット $SS$ )は余分な散乱X線がX線検出器2に入るのを防止する。以上により、試料 $S$ に関して、回折X線が発生する回折角度 $2\theta$ 及びその回折X線の強度が測定され、その測定結果に基づいて、粉末試料 $S$ の定性分析又は定量分析が行われる。

【0026】(薄膜測定) 図3は、平行ビーム法X線測定の一例である薄膜測定を行う際の光学的配置を示している。この測定は、図1に示した光学配置に対して次のような変更を加えることによって実行される。まず、薄膜試料 $S$ 、例えば金属薄膜が積層された半導体ウエハなどをゴニオメータ4上に装着する。そして、第1スリット支持部材5a内の第1スリット5及び第2スリット支持部材6a内の第2スリット6を狭くて互いに等しいスリット幅に設定する。

【0027】この状態で、X線源 $F$ からX線を放射すると、第1スリット5と第2スリット6との働きによって幅の狭い平行X線ビームが取り出され、その平行X線ビームが、例えば $0.1^\circ \sim 5^\circ$ 程度の低角度 $\alpha$ の方向から薄膜試料 $S$ へ入射する。検出器アーム9は試料軸線 $\omega$ を中心として所定の角度間隔で間欠的に $2\theta$ 回転し、個々の角度位置において所定時間停止して試料 $S$ からの回折X線を測定する。平行X線ビームを試料 $S$ へ低角度 $\alpha$

方向から入射することにより、試料Sの厚さが極めて薄い場合にも入射角度の等しいX線を試料Sの広い表面領域に入射させることができる。よってその結果、試料SでX線の回折が生じる際、強度の強い回折X線を取り出してX線検出器2へ導くことができる。

【0028】(まとめ)以上、本発明に係るX線装置を用いた測定形態として好ましいいくつかの測定形態を挙げたが、本発明のX線装置はその他種々のX線測定に適用できる。例えば、平行ビーム法測定を考えれば、上記の小角散乱測定、薄膜測定以外に、極点の測定、残留応力の測定などに関しても本発明のX線装置を適用できる。

【0029】

【発明の効果】請求項1記載のX線装置によれば、スリットなどの光学要素の配置位置を変更することなく、希望に応じて集中法X線測定及び平行ビーム法X線測定の両測定を自由に選択して行うことができる。しかも、最初にX線装置の光学系の光軸調整を行っておけば、集中法X線測定と平行ビーム法X線測定との間で測定方法を変更する際、X線光学系の光軸調整をその都度行う必要がなくなり、操作性が著しく向上する。

【0030】請求項2記載のX線装置によれば、平行ビーム法X線測定を行う際に、スリット幅の調節によって強度の強い平行X線ビームを取り出すことができる。

【0031】請求項3記載のX線装置によれば、平行ビーム法X線測定を行う際に、スリット位置の調節によって強度の強い平行X線ビームを取り出すことができる。特に、スリット幅の調節とスリット位置の調節とを同時に行うようにすれば、より一層強度の強い平行X線ビームを取り出すことが可能となる。

【0032】

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係るX線装置の一例を用いて平行ビーム法X線測定の1つである小角散乱測定を行う場合の様子を示す正面図である。

【図2】図1のX線装置を用いて粉末試料に対する集中法X線測定を行う場合の様子を示す正面図である。

【図3】図1のX線装置を用いて平行ビーム法X線測定の1つである薄膜測定を行う場合の様子を示す正面図である。

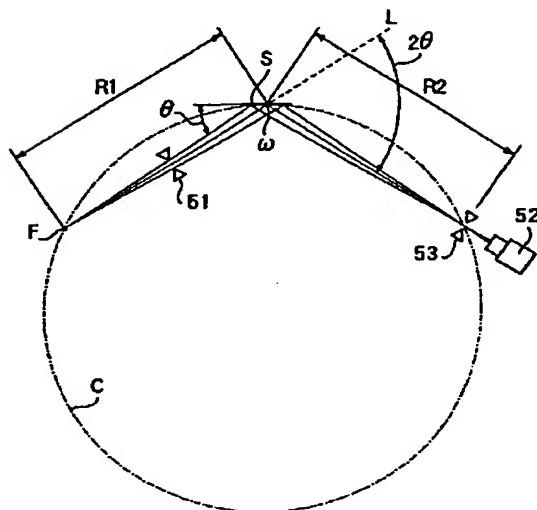
【図4】集中法X線測定による一般的な測定方法を説明するための平面図である。

【図5】平行ビーム法X線測定の一例である小角散乱測定を説明するための平面図である。

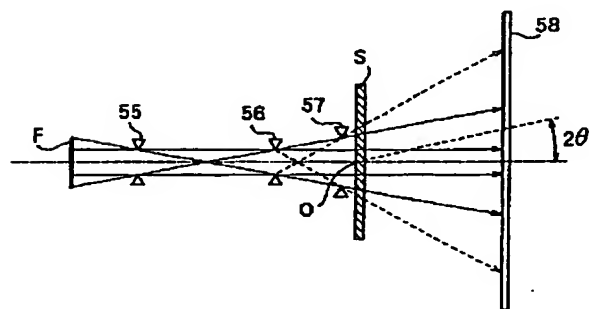
【符号の説明】

2	X線検出器
4	ゴニオメータ
5	第1スリット
6	第2スリット
7	第3スリット
5a, 6a, 7a	スリット支持部材
11	3スリット系X線光学系
17, 18	スリット支持部材
19	第4スリット
21	第5スリット
C	集中円
F	X線源
R1	X線源-試料間距離
R2	試料-第5スリット間距離
RS	受光スリット
SS	散乱防止スリット
S	試料
$\omega$	試料軸線

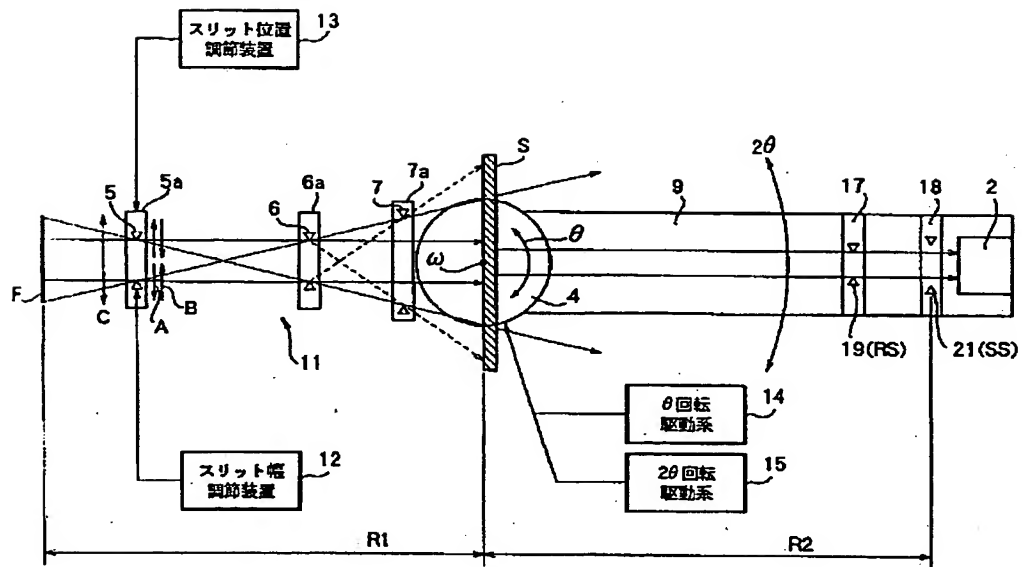
【図4】



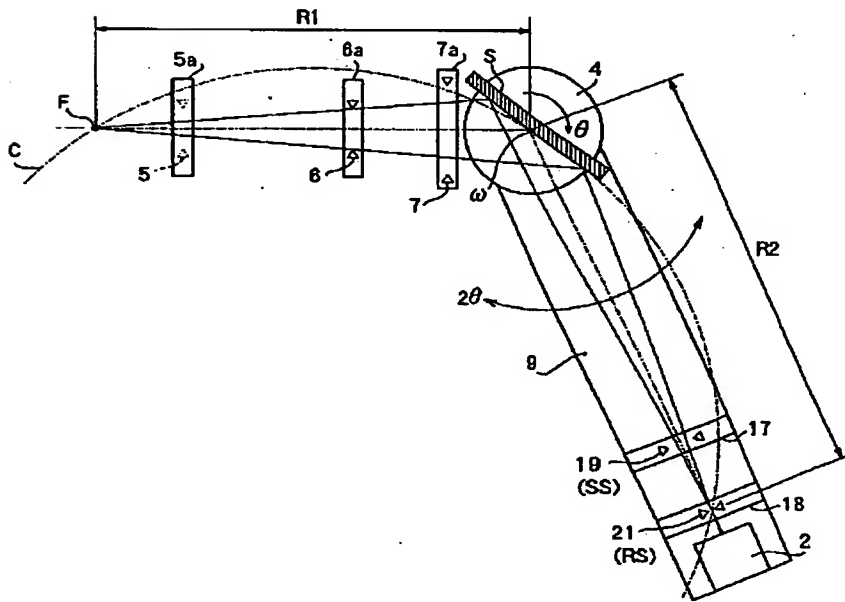
【図5】



【図1】

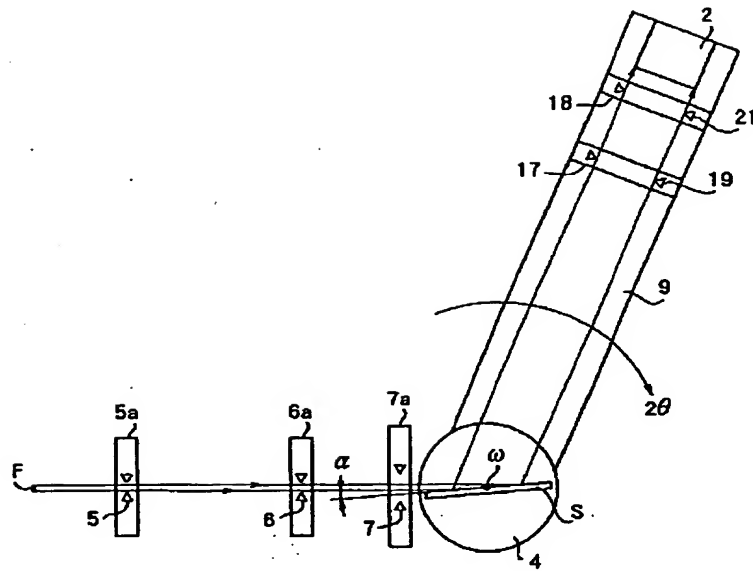


【図2】





【図3】



**THIS PAGE BLANK (USPTO)**